

1. 仕 様

1.1 セットの構成

- D-tube D-01, D-02, D-03, D-04, D-05 …………… ガラス製 各 1
- 多成分用 D-tube 収納かご …………… アルミ製・アルマイト仕上げ 1
- 多成分用 D-tube 収納かご取手 …………… アルミ製・アルマイト仕上げ 各 1
 - PD-1, PD-10 用 (短)
 - PD-1B 用 (長)
- D-tube 秤量用スタンド …………… アルミ製・アルマイト仕上げ
- 2ml 注射筒 4 本
- φ0.5 注射針 (低粘度試料用) 2 本
- φ0.7 注射針 (高粘度試料用) 2 本
- D-tube 内径実測補正表 1
- 技 術 資 料 1 部
- 取扱い説明書 1 部

1.2 D-tube の拡散速度の比

各 D-tube の拡散速度の比を表 1 に示します。

表 1 D-tube の拡散速度の比

D-tube の種類	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-10	D-20	D-30
拡散速度の比	1	約 2.6	約 6.2	約 12.2	約 23.4	約 2.5	約 6.1	約 18.0

注) 混合標準ガスの調製は D-01, D-02, D-03, D-04, D-05 に限ります。

D-10, D-20, D-30 は単一成分を長時間調製するのに適します。(別売)

2. 標準ガスの調製原理

拡散管を通して液体蒸気の拡散速度は式(1)で与えられます。

$$D_r = M \left(\frac{DPA}{RTL} \right) \ln \left(\frac{P}{P - P_s} \right) \quad (1)$$

D_r : 拡散速度

M : 試料の分子量

P : 全 圧

R : ガス定数

D : 温度 T , 圧力 P における空气中蒸気拡散係数

A : D-tube 拡散管の断面積 $(\pi \cdot (\frac{d}{2})^2)$

L : D-tube 拡散管の長さ

P_s : T における試料の飽和蒸気圧

ここで D は, ある温度 (T_0), 圧力 (P_0) における拡散係数 D_0 が既知であれば(2)式より求めることができます。

$$D = D_0 \left(\frac{T}{T_0} \right)^2 \left(\frac{P_0}{P} \right) \quad (2)$$

(1), (2)式により求めた各 D-tube の拡散速度は添付の技術資料に掲載しています。

しかし, 実際には拡散速度 D_r は D-tube に液体を入れ, 単位時間の質量減を測定し求めます。拡散速度は温度, 圧力が一定であれば再現しますから条件が変わらない限り定数となります。拡散速度が求まると(3)式により調製する標準ガスの濃度が求まります。

$$C = \frac{D_r \cdot K \cdot 10^3}{F} \quad (3)$$

C : 標準ガス濃度 (ppm)

F : 希釈ガス流量 (ml/min)

K は(4)式によって定まる定数です。

$$K = \frac{22.4}{M} \times \frac{(273+t)}{273} \times \frac{P}{760} \quad (4)$$

t : 室温 (°C)

したがって標準ガスの濃度は希釈ガス流量によって決定されます。

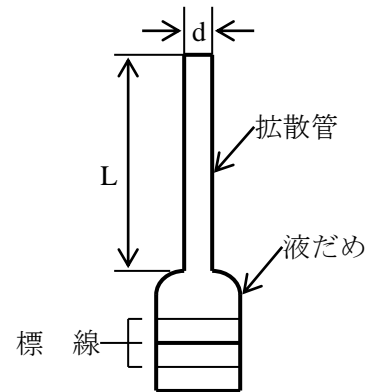


図 2.1 D-tube の構造

3. 標準ガスの調製方法

3.1 D-tube の選択, 温度設定

主な化合物については、添付の技術資料に各 D-tube について 30, 35, 40, 50°Cにおける拡散速度と調製可能な濃度範囲を計算により求めています。また、特定化学物質等障害予防規則、有機溶剤中毒予防規則で測定義務付けられている液体蒸気については、40°Cにおける実測拡散速度を掲載しています。これらの値から調製する標準ガスに適した D-tube とパーミエーターの設定温度を決定して下さい。なお、計算値は必ずしも実際値と一致しません。あくまでも目安とお考え下さい。また、実測拡散速度には添付した内径実測補正表中の補正係数を乗じるとより正確な値となります。

収納かごには D-tube が 4 本まで収納できます。したがって、4 成分までの混合標準ガスが得られますが、同一試料を複数の D-tube に入れて濃度調製範囲を広げることができます。この場合、拡散速度はそれぞれの D-tube の拡散速度の和となります。

例えば、トルエンと MIBK を同程度の濃度で混合標準ガスとして発生させたい場合、次のような方法が考えられます。

実測拡散速度表より、40°Cで MIBK の D-05 による拡散速度は 93.25、K は 0.245 です。希釈ガス流量を 1000mℓ/min として(3)式により発生濃度を求めると

$$C = \frac{93.25 \times 0.245 \times 10^3}{1000} = 22.85 \text{ (ppm)}$$

一方、トルエンの K は 0.265 で、MIBK のそれと大きな違いはありませんから、拡散速度が MIBK と同程度であればよいことがわかります。そこで D-02 と D-04 を選択すると、拡散速度はそれぞれ 16.13, 73.42 ですから

$$C = \frac{(73.42 + 16.13) \times 0.265 \times 10^3}{1000} = 23.73 \text{ (ppm)}$$

となり、MIBK と同程度の濃度が得られます。つまりこの場合は D-05 に MIBK を入れ、D-02 と D-04 の両方にトルエンを入れて収納かごに収納し、標準ガスを調製すればよいこととなります。もちろん希釈ガスの流量をかえても両者の関係は一定です。

目的とする試料の拡散速度が掲載されていない場合、あるいはより精度よく標準ガスを調製したい場合は「3.3 拡散速度の測定」にしたがって拡散速度を実測して下さい。

なお、安定した標準ガスを得るために、試料の蒸気圧が 400mmHg 以内であるように温度設定してください。ただし、D-01, D-02 では 600mmHg 程度の蒸気圧をもつ試料でも短時間であれば調整することができます。

希釈ガス流量は必ず 200~8,000mℓ/min の範囲として下さい。

3.2 試料注入の方法

- ① 多成分用 D-tube には 2 種類の注射針が付属しています。高粘度の試料(ジメチルホルムアミド, ジクロロエタンなど)には太い注射針を, 低粘度の試料(メチルアルコール, アセトン, 四塩化炭素など)には細い注射針をご使用下さい。
- ② 試料を注射器で吸い上げ, 注射針の先端を D-tube の液だめに挿入します。この時, 図 3.1 のように注射器を上に向け D-tube を上からかぶせると針先から垂れる試料で D-tube の内壁を汚すことが防げます。
- ③ 注射針を挿入したまま, D-tube を水平に置かれた収納かごに標線が見えるように収納します。
- ④ D-tube の標線は D-01, D-02, D-03, D-04 が 3 本, D-05 は 2 本ひかれています。標線と拡散速度の関係を表 2 に示します。標線が 3 本あるものについては標準ガスの発生が短時間であれば中心線付近に, 連続長時間であるなら上線に液面がくるよう試料を注入します。D-05 では常に液面を上線に合わせて下さい。

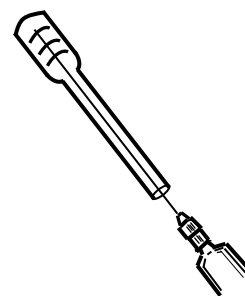


図 3.1

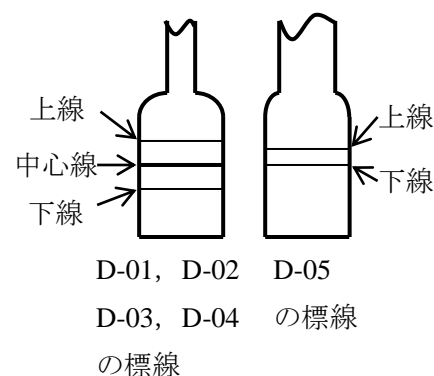


図 3.2

表 2 標線と拡散速度の関係

D-tube	上 線	下 線
D-01	+3%以内 (中心線を基準として)	-3%以内 (中心線を基準として)
02	〃	〃
03	〃	〃
04	〃	〃
05	_____	-5%以内 (上線を基準として)

(注) D-01 では, 図 3.3 のように試料が拡散管にたまることがあります。この場合は注射器で吸い取って下さい。

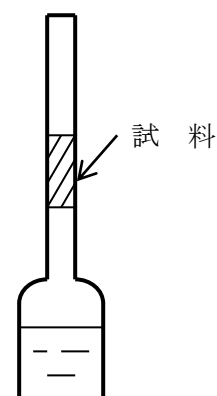


図 3.3

3.3 拡散速度の測定

- ① パーミエーターの温度を設定し、希釈ガス流量を 200mℓ/min 程度流します。
- ② パーミエーターが設定温度に達したことを確認します。
- ③ 「3.2 試料注入の方法」にしたがって試料を D-tube に注入します。一度に 4 種の異なる試料、または異なる D-tube について測定することができます。異なる試料を注入する時はその都度、注射器をかえて下さい。なお、D-tube には素手で触れないで下さい。
- ④ D-tube の収納された収納かごをパーミエーターのホルダーに静かに挿入して、ホルダーのキャップを固く閉めて下さい。
- ⑤ D-tube の内壁などに付着した余分な試料を蒸発させ、試料の温度をパーミエーターの設定温度と等しくするために表 3 に示す時間を目安として、パーミエーターのホルダー内に放置します。

表 3 D-tube の安定に要する時間

(分)

D-tube 試料の蒸気圧	D-01	D-02, D-03, D-04	D-05
130mmHg 以上	60	30～ 60	30
130～50mmHg	120	60～120	60
50mmHg 以下	180	120～180	120

- ⑥ 表 3 に示した時間を経過したら D-tube をホルダーから取り出して、秤量用スタンドを用いて重量を 0.1mg の単位まで測定し、測定値と測定時間を記録して下さい。
- ⑦ 秤量のすんだ D-tube をパーミエーターのホルダーに戻して、試料が 10mg 程度減量する時間を見計らって再度秤量して下さい。この秤量間隔は D-tube の種類、試料の蒸気圧によって大きく異なります。図 3.4 を参考にして秤量間隔を決定して下さい。
- ⑧ (5)式によって拡散速度を計算します。

$$Dr = \frac{m \times 10^6}{Ti} \quad (5)$$

m : 試料の減量 (g)

Ti : 秤量間隔 (分)

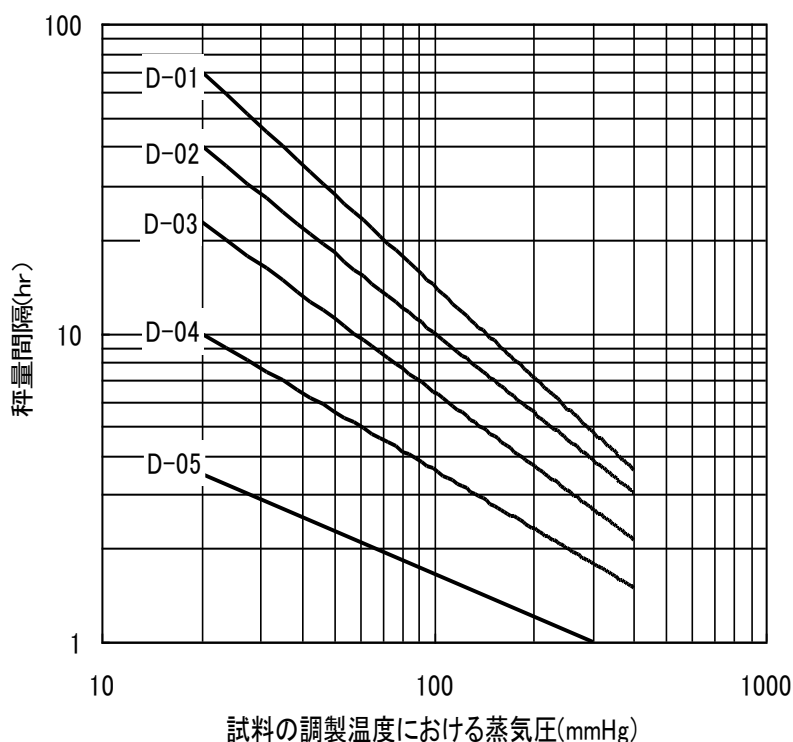


図3.4 試料の蒸気圧と秤量間隔の関係

3.4 標準ガスの調製, 採取

- ① パーミエーターを目的の温度に設定し, 設定温度に達したことを確認して下さい。
- ② 「3.2 試料注入の方法」にしたがって試料を選択された **D-tube** に注入します。多成分混合標準ガスを調製する時は試料ごとに注射器を使いわけて下さい。
- ③ **D-tube** の収納された収納かごをパーミエーターのホルダーに静かに挿入してホルダーのキャップを固く閉めて下さい。
- ④ (3)式により, 調製すべき濃度に希釈ガス流量を設定します。希釈ガス流量は 200~8,000ml/min として下さい。
- ⑤ 約 20 分後には標準ガスが得られますが, 完全に安定するには表 3 に示した程度の時間が必要となります。
- ⑥ 流路内に圧力がかからないように注意して標準ガスを採取して下さい。調製濃度を変更するため希釈ガス流量を動かした場合は通気系のガス置換が完了するまでお待ち下さい。

<注 意>

- ① 標準ガス濃度と希釈ガス流量は反比例の関係にあります。希釈ガス流量は正確に設定して下さい。
- ② D-tube 内の試料の液面位置は拡散速度に影響を与えます。液面は必ず標線の範囲内にあるようにして下さい。
- ③ 拡散速度はホルダー内の圧力の影響を受けます。ホルダー内の圧力は必ず大気圧と等しくなるようにして下さい。

なお、大気圧が 10mmHg 変動すると拡散速度は約 2%変化します。(大気圧が上昇すると拡散速度は小さくなります。)

3.5 調製終了後の取扱い

- ① D-tube をパーミエーターのホルダーから取出します。
- ② D-tube 内に残った試料をすてて下さい。D-01, D-02 は注射器を使って吸い取ります。
- ③ アセトン, メチルアルコールなど低沸点の溶媒を用いて D-tube, 注射筒, 注射針をよく洗浄して下さい。D-01, D-02 は注射器を使って液だめ内部を洗浄して下さい。
<注 意> 換気のよい場所で行なって下さい。
- ④ 洗浄に用いた溶媒をよく切って乾燥器で完全に乾くまで乾燥します。乾燥器の温度は洗浄に用いた溶媒の沸点よりやや高めに設定して下さい。
- ⑤ 乾燥した D-tube, 注射筒, 注射針は室温程度に冷えてからケースに納め保管して下さい。

関 係 文 献

- 1) 作業環境測定ガイドブック 2, 3, 労働省安全衛生部労働衛生課 (昭和 58 年)
- 2) Lee. C. Y, Wilke. C. R., Ind. Eng. Chem., 46, 2381 (1954)
- 3) W. P. Boynton and W. H. Brattain, "International Critical Tables" Vol 5, P62 (1929)
- 4) G. A. Lugg., Anal. Chem., 40, 1072 (1968)
- 5) 分析化学 12, 1584 (1972)